



10/510989.  
Rec'd PCT/PTO 13 OCT 2004  
PCT/FR03/01194  
06 MAI 2003 (06/05/03)

# BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

REC'D 14 JUL 2003

WIPO

PCT

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

BEST AVAILABLE COPY

Fait à Paris, le 15 AVR. 2003

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

DOCUMENT DE PRIORITÉ

PRÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA  
RÈGLE 17.1.a) OU b)

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (0)1 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (0)1 53 04 45 23  
www.inpi.fr

**REQUÊTE EN DÉLIVRANCE**  
**page 1/2**

**R1**

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 5-10 W, 35.3301

Réservé à l'INPI

REMISE DES PIÈCES

DATE

15 AVRIL 2002

LIEU

75 INPI PARIS

N° D'ENREGISTREMENT

0204665

NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI

DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE

15 AVR. 2002

PAR L'INPI

Vos références pour ce dossier

(facultatif) H19800/0007/MN

**1** NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE  
À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE

CABINET BEAU DE LOMENIE  
158, rue de l'Université  
75340 PARIS CEDEX

Confirmation d'un dépôt par télécopie

☐ N° attribué par l'INPI à la télécopie

**2** NATURE DE LA DEMANDE

Cochez l'une des 4 cases suivantes

Demande de brevet

☒

Demande de certificat d'utilité

☐

Demande divisionnaire

☐

Demande de brevet initiale

N°

Date

ou demande de certificat d'utilité initiale

N°

Date

Transformation d'une demande de  
brevet européen Demande de brevet initiale

☐

N°

Date

**3** TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)

"Utilisation de sels métalliques du gluconate pour la fabrication de substrats  
à activité antimicrobienne"

**4** DÉCLARATION DE PRIORITÉ  
OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE  
LA DATE DE DÉPÔT D'UNE  
DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE

Pays ou organisation

Date

N°

Pays ou organisation

Date

N°

Pays ou organisation

Date

N°

☐ S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»

**5** DEMANDEUR

☐ S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»

Nom ou dénomination sociale

GEORGIA-PACIFIC FRANCE

Prénoms

Forme juridique

Société en commandite par actions

N° SIREN

Code APE-NAF

Adresse

Rue

11, Route Industrielle

Code postal et ville

68320 Kunheim

Pays

FRANCE


Nationalité

FRANCAISE

N° de téléphone (facultatif)

N° de télécopie (facultatif)

Adresse électronique (facultatif)

|   |  |  |                    |
|---|--|--|--------------------|
| REMISE DES PIÈCES<br>DATE <b>15 AVRIL 2002</b><br>LIEU <b>75 INPI PARIS</b><br>N° D'ENREGISTREMENT <b>0204665</b><br>NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI   |  | Réservé à l'INPI   | DB 9-10 W / 503301 |
| <b>Vos références pour ce dossier :</b><br><i>(facultatif)</i>  |  | <b>H19800/0007/MN</b>  |                    |
| <b>6 MANDATAIRE</b><br>Nom<br>Prénom<br>Cabinet ou Société<br>N° de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel<br>Adresse<br>Rue<br>Code postal et ville<br>N° de téléphone <i>(facultatif)</i><br>N° de télécopie <i>(facultatif)</i><br>Adresse électronique <i>(facultatif)</i> |  | <b>CABINET BEAU DE LOMENIE</b><br><br><b>158, rue de l'Université</b><br><b>75 3 4 0 PARIS CEDEX 07</b><br><b>01.44.18.89.00</b><br><b>01.44.18.04.23</b>  |                    |
| <b>7 INVENTEUR (S)</b><br>Les inventeurs sont les demandeurs  |  | <input type="checkbox"/> Oui<br><input checked="" type="checkbox"/> Non <b>Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée</b>  |                    |
| <b>8 RAPPORT DE RECHERCHE</b><br>Établissement immédiat ou établissement différé  |  | <b>Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)</b><br><input checked="" type="checkbox"/> Établissement immédiat<br><input type="checkbox"/> Établissement différé  |                    |
| Paiement échelonné de la redevance  |  | <b>Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques</b><br><input type="checkbox"/> Oui<br><input type="checkbox"/> Non  |                    |
| <b>9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES</b>   |  | <b>Uniquement pour les personnes physiques</b><br><input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention <i>(joindre un avis de non-imposition)</i><br><input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt <i>(joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence) :</i> |                    |
| Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes   |  |  |                    |
| <b>10 SIGNATURE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE</b><br>(Nom et qualité du signataire)<br><br>Marc NEVANT<br>CPI N° 98-0509  |  | <b>VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI</b><br>   |                    |

L'invention a pour objet l'utilisation de sels métalliques particuliers pour la fabrication de substrats, à base de fibres notamment celluloses, à activité antimicrobienne, notamment antibactérienne et antifongique.

L'invention trouve notamment application dans le domaine sanitaire,  
5 hygiénique et alimentaire.

Le brevet EP-B-113 254 décrit un non-tissé comprenant une nappe de fibres textiles, un liant à base de polymère pour lier ensemble ces fibres, et une faible quantité d'un agent antimicrobien incorporée dans ce liant ; ledit agent antimicrobien étant avantageusement choisi parmi les  
10 nitriles aromatiques halogénés, le sulfate d'imazalile, le 3,5,3',4'-tétrachlorosalicylanilide ou l'hexachlorophène.

Le brevet EP-B-431 002 décrit un tissu pour la désinfection ou le blanchiment, qui comprend une première et une seconde couches de substrat liées ensemble avec un polymère adhésif et entre lesquelles sont  
15 retenues des particules solides, lesdites particules comprenant un agent libérant du chlore.

La demande de brevet WO-A-01 32138 concerne l'utilisation d'un agent antimicrobien pour la fabrication d'un article d'essuyage jetable pour réduire le nombre de microbes transférés vers la main lorsqu'on essuie  
20 une surface avec ledit article. L'agent antimicrobien est choisi parmi les composés phénoliques, isothiazolinone, pyrazole ou ammonium quaternaire, les agents oxydants, les quinoléines, les guanidines ou les aldéhydes.

Par ailleurs, on connaît les propriétés antiseptiques ou comme  
25 source d'apport ou supplément, du gluconate de zinc, du gluconate de cuivre et du gluconate d'argent.

Il a maintenant été trouvé de manière inattendue, et c'est le fondement de la présente invention, que des substrats comprenant certains sels métalliques du gluconate possèdent une activité  
30 antimicrobienne.

Ainsi, selon un premier aspect, l'invention a pour objet l'utilisation du gluconate de zinc, d'argent ou de cuivre comme agent antimicrobien, notamment antibactérien et antifongique, pour la fabrication de substrats à base de fibres notamment cellulosiques. Le sel de gluconate préféré  
5 selon l'invention est le gluconate de zinc.

Par "substrat à base de fibres notamment cellulosiques", on entend au sens de la présente invention un substrat constitué en partie de fibres cellulosiques et plus précisément d'au moins 50 % en masse, de préférence d'au moins 80 % en masse, de fibres cellulosiques, lesquelles  
10 peuvent être éventuellement mélangées à des fibres synthétiques. Dans le cas d'un mélange, la teneur en fibres synthétiques du substrat peut être de environ 5 à environ 40 % en masse.

Les substrats conformes à l'invention comprennent en particulier les non-tissés à base de fibres papetières obtenus par voie sèche, et la ouate  
15 de cellulose à base de fibres papetières obtenue par voie humide, également dénommée « papier tissue ».

Par « papier tissue », on entend au sens de la présente invention des produits fabriqués à partir de papier crêpé ou non crêpé, sec et léger, tels que du papier toilette, des mouchoirs, des essuie-mains, des lingettes,  
20 des papiers absorbants, des serviettes.

Les non-tissés sont des feuilles ou nappes de fibres orientées dans une direction ou au hasard et liées par des moyens mécaniques (de friction), des moyens chimiques (apport d'adhésif) ou thermiques.

Le procédé d'obtention des non-tissés à base de fibres papetières  
25 par voie sèche consiste, de manière bien connue de l'homme du métier, à traiter des pâtes papetières afin de les défibrer à sec, à former un voile sur une toile de formation où les fibres individualisées sont réparties au hasard par voie aéraulique, à apporter un liant thermoplastique qui va pénétrer dans le voile ainsi formé permettant aux fibres de se lier entre  
30 elles, puis à sécher et à réticuler. Le liant thermoplastique peut être

constitué de latex, comme par exemple un copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle (EVA), ou de fibres thermoliantes. Une feuille de non-tissé obtenue par ce procédé a généralement un grammage d'environ 40 à 120 g/m<sup>2</sup>.

5        Le procédé d'obtention de la ouate de cellulose à base de fibres papetières par voie humide consiste, de manière bien connue de l'homme du métier, à déposer des fibres papetières en suspension dans l'eau sur une toile pour former une feuille, égoutter la feuille puis la transférer sur un feutre qui va permettre de l'appliquer avec une presse contre un  
10       cylindre de séchage où elle est séchée. La feuille est ensuite décollée du cylindre de séchage et est crêpée au moyen d'une lame formant râcle, puis mise en bobine en attente d'une transformation en produit fini. La liaison entre les fibres papetières est réalisée au moyen de liaisons hydrogène lors de la phase humide de fabrication de la feuille.

15       La phase de transformation consiste par exemple à assembler plusieurs feuilles ou plis d'ouate de cellulose par calandrage, gaufrage et collage le cas échéant, afin d'obtenir des produits en papier absorbant d'un grammage allant d'environ 8 à 60 g/m<sup>2</sup>.

20       Conformément à l'invention, le substrat comprend un agent antimicrobien, notamment antibactérien et antifongique, tel que défini ci-dessus.

25       Ainsi, selon un second aspect, l'invention a pour objet un substrat à base de fibres notamment cellulosiques comprenant, à titre d'agent antimicrobien, du gluconate de zinc, d'argent ou de cuivre, le gluconate de zinc étant préféré.

30       L'agent antimicrobien peut être incorporé dans le substrat par exemple par pulvérisation d'un mélange liquide liant thermoplastique + agent antimicrobien sur le substrat, ou bien encore par imprégnation ou enduction du substrat avec le mélange précité, ces techniques étant bien connues de l'homme du métier. Lorsque la technique de pulvérisation est

mise en œuvre, la quantité de mélange pulvérisé sur le substrat est généralement comprise entre environ 12 et 24 g/m<sup>2</sup>.

La concentration en agent antimicrobien dans le produit fini est d'environ 0,01 à 10 % en masse, de préférence d'environ 0,05 à 1 % en masse. Ceci correspond à une concentration en matière sèche de l'agent antimicrobien d'environ 0,006 à 6 g/m<sup>2</sup>, de préférence d'environ 0,03 à 0,6 g/m<sup>2</sup>.

Le substrat conforme à l'invention présente les avantages suivants :

- il possède un large spectre d'activité sur les micro-organismes gram-négatifs (par exemple *Pseudomonas aeruginosa*) et sur les micro-organismes gram-positifs (par exemple *Staphylococcus aureus*) ;
- il possède une innocuité alimentaire.

De ce fait, le substrat conforme à l'invention, comprenant un sel métallique de gluconate à titre d'agent antimicrobien, trouve notamment application :

- dans des articles sanitaires, comme essuie-mains, papier toilette, mouchoirs, lingette imprégnée, papier absorbant ;
- dans des articles d'hygiène féminine, par exemple comme composant (matelas absorbant) pour serviette hygiénique, ou pour bébés, comme lingette imprégnée ;
- dans des emballages alimentaires, comme papier absorbant pour barquette à viande.

L'invention sera illustrée à l'aide des exemples et tests suivants.

Dans ces exemples et tests, on utilise les abréviations suivantes :

AN = souche *Aspergillus niger* ATCC 16404

CA = souche *Candida albicans* ATCC 10231

EC = souche *Escherichia coli* ATCC 11229

PA = souche *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027

SA = souche *Staphylococcus aureus* ATCC 6538

(ATCC = American Type Culture Collection)

CMI = Concentration Minimum Inhibitrice

EVA = copolymère d'éthylène et d'acétate de vinyle

UFC = Unité Formant Colonie

5 ZI = zone d'inhibition

L'activité antimicrobienne des substrats conformes à l'invention est évaluée qualitativement et quantitativement d'après les normes détaillées ci-dessous.

10

#### **Evaluation qualitative**

a) Norme suisse SNV 195 920 : Etoffes – Contrôle de l'activité antibactérienne : Test de diffusion dans de l'agar

15 Des éprouvettes de 25 à 30 mm de diamètre de substrat, traité avec l'agent antimicrobien selon l'invention, sont déposées sur une double couche de gélose nutritive,ensemencée avec les bactéries tests et l'ensemble est incubé pendant 18 h/24 h à 37°C.

20 Ensuite, la zone d'inhibition autour de l'éprouvette est mesurée et se calcule en divisant par 2 la différence entre le diamètre total de l'éprouvette augmentée de la zone d'inhibition et le diamètre de l'éprouvette.

L'éprouvette est retirée de la zone de contact observée en appréciant le développement bactérien permettant de différencier plusieurs niveaux d'efficacité.

25 Les souches utilisées dans ce test sont les suivantes:

- *Staphylococcus aureus* ATCC 6538

- *Escherichia coli* ATCC 11229

- *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027

30 b) Norme suisse SNV 195 921 : Etoffes – Contrôle de l'activité antifongique : Test de diffusion dans de l'agar



Des éprouvettes de 25 à 30 mm de diamètre de substrat traité sont déposées sur une double couche de gélose nutritive, ensemencées avec les bactéries tests et l'ensemble est incubé.

Ensuite, la zone d'inhibition autour de l'éprouvette est mesurée et se calcule en divisant par 2 la différence entre le diamètre total de l'éprouvette augmentée de la zone d'inhibition et le diamètre de l'éprouvette.

L'éprouvette est retirée de la zone de contact observée en appréciant le développement bactérien permettant de différencier plusieurs niveaux d'efficacité.

Les souches utilisées dans ce test sont les suivantes :

- *Aspergillus niger* ATCC 16404
- *Candida albicans* ATCC 10231

## 15 **Evaluation quantitative**

Norme AFNOR XPG 39010 : Propriétés des étoffes – Etoffes et surfaces polymériques à propriétés antibactériennes – Caractérisation et mesure de l'activité bactériostatique (inoculation des éprouvettes par transfert)

Cette norme permet de déterminer l'activité bactériostatique à la surface des étoffes et des surfaces polymériques agissant par contact ou par diffusion de l'actif antibactérien, que les étoffes soient hydrophiles ou hydrophobes.

L'essai est effectué après un cycle d'entretien ou non (usage unique).

Les échantillons sont lavés afin d'éliminer les traces d'ensimage et d'obtenir un produit hygiéniquement propre.

Les éprouvettes sont déposées sur la surface gélosée d'une boîte de Pétri inoculée par inondation avec 1 ml de suspension bactérienne de 1 à  $3.10^6$  – UFC/ml.

Le contact substrat-gélose est assuré à l'aide d'un cylindre en acier inoxydable de 200 g pendant 1 minute.

L'éprouvette est déposée dans une boîte de Pétri stérile, face ensemencée vers le haut, et l'ensemble est incubé à 37°C en chambre  
5 humide pendant 24 heures ou une semaine.

L'éprouvette est placée dans un sachet stérile. 20 ml de diluant contenant un neutralisant sont ajoutés. L'ensemble est malaxé dans un appareil de type "Stomacher" 1 minute sur chaque côté.

Cette procédure est aussi appliquée à des éprouvettes de coton non  
10 traité (servant de témoin).

#### Expression des résultats

Les concentrations bactériennes sont exprimées en :

- UFC (Unités Formant Colonies),
- log d'UFC,
- 15 - différence de log d'UFC :  $\Delta_{24h} = \log(\text{UFC}_{24h}) - \log(\text{UFC}_{0h})$   
 $\Delta_{1sem.} = \log(\text{UFC}_{1sem.}) - \log(\text{UFC}_{0h})$

La condition pour qu'un substrat soit bactériostatique selon la norme XPG 39010 est :

$$\begin{aligned} -2 &< \Delta_{24h} < +2 \\ 20 \quad -2 &< \Delta_{1sem.} < +2 \end{aligned}$$

L'efficacité antimicrobienne est meilleure dans la plupart des exemples donnés ci-après.

Plus le  $\Delta_{24h}$  ou  $\Delta_{1 sem}$  est inférieur à +2, voire inférieur à -2, plus le nombre de bactéries tuées sur le substrat par l'agent antimicrobien est  
25 important, et plus le substrat est bactéricide.

Lorsque le nombre d'UFC est proche de zéro ou égal à zéro, le substrat est bactéricide.

**Exemple 1 : Préparation d'un substrat en non-tissé**

On prépare une solution contenant 0,2 g de gluconate de zinc, 9,8 g d'EVA et 9,8 g d'eau. Cette solution est pulvérisée (12 g/m<sup>2</sup>) sur la face intérieure d'un non-tissé à 120 g/m<sup>2</sup>, séparé en deux. Ce non-tissé est à base de fibres exclusivement papetières et obtenu par voie sèche en utilisant comme liant de l'EVA. La concentration en gluconate de zinc dans le produit fini est de 0,2 % en masse.

10 **Exemple 2 : Préparation d'un substrat en non-tissé**

On répète le mode opératoire de l'exemple 1, mais en utilisant un non-tissé à base de fibres exclusivement papetières et obtenu par voie sèche en utilisant comme liant de l'EVA, qui a été imprégné à 300 % d'une lotion standard pour lingettes bébé avant l'étape de pulvérisation.

15

**Exemple 3 : Préparation d'un substrat en non-tissé**

On répète le mode opératoire de l'exemple 1, mais en utilisant un non-tissé à 120 g/m<sup>2</sup> séparé en deux et traité sur une face par de l'EVA. Ce non-tissé est à base de fibres exclusivement papetières et obtenu par voie sèche en utilisant comme liant de l'EVA. La solution de gluconate de zinc et d'EVA telle que décrite à l'exemple 1 est appliquée par pulvérisation sur la face non traitée du non-tissé.

25 **Exemple 4 : Préparation d'un substrat en non-tissé**

Un non-tissé à 60 g/m<sup>2</sup> est traité industriellement par pulvérisation de la solution de gluconate de zinc et d'EVA décrite à l'exemple 1 sur les deux faces. Ce non-tissé est à base de fibres exclusivement papetières et obtenu par voie sèche en utilisant comme liant de l'EVA.

30 **Test 1 : Mesures de CMI du gluconate de zinc**

Les CMI sont présentées dans le tableau suivant.

Tableau 1

| Souche       | SA   | PA     | EC   | CA    | AN   |
|--------------|------|--------|------|-------|------|
| CMI<br>(ppm) | 5000 | 12 500 | 6250 | 3 120 | 6250 |

- 5 **Test 2** : Mise en évidence de l'activité antibactérienne et anti-fongique de substrats selon l'invention

On a testé les activités des substrats des exemples 1 et 2 selon les normes suisses SNV 195 920 et, respectivement, SNV 195 921. Les résultats sont présentés dans le Tableau suivant.

10

Tableau 2

| Souche    | EC     | PA     | CA     | AN     |
|-----------|--------|--------|--------|--------|
| Exemple 1 | ZI = 0 | ZI = 0 | ZI = 0 | ZI = 0 |
| Exemple 2 | ZI = 0 | ZI = 0 | ZI = 0 | ZI = 0 |

- 15 Ces résultats montrent que le gluconate de zinc ne migre pas. Les substrats selon l'invention peuvent donc trouver application notamment dans le domaine alimentaire, par exemple comme papier absorbant pour barquette à viande.

**Test 3** : Mise en évidence de l'activité antibactérienne d'un substrat selon l'invention

- 20 On a testé l'activité du substrat de l'exemple 1 sur les souches *Staphylococcus aureus* ATCC 6538, *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027 et *Escherichia coli* ATCC 11229 selon la norme AFNOR XPG 39010 en utilisant, comme gélose, de la gélose Columbia (commercialisée par Bio-

Mérieux), comprenant 5 % en masse de sang de mouton. Les résultats sont présentés dans les Tableaux suivants.

Tableau 3 (*Staphylococcus aureus*)

| Substrat testé | Log (UFC <sub>0h</sub> ) | Log (UFC <sub>24h</sub> ) | $\Delta_{24h}$ |
|----------------|--------------------------|---------------------------|----------------|
| Exemple 1      | 4,80                     | 0,00 ⑩                    | -4,80          |
| Témoin         | 4,83                     | 8,64                      | 3,81           |

- 5 ⑩ Lorsque le nombre d'UFC est égal à zéro, arbitrairement le log(UFC) est égal à 0.

Tableau 4 (*Pseudomonas aeruginosa*)

| Substrat testé | Log (UFC <sub>0h</sub> ) | Log (UFC <sub>24h</sub> ) | $\Delta_{24h}$ |
|----------------|--------------------------|---------------------------|----------------|
| Exemple 1      | 5,26                     | 0,00 ⑩                    | -5,26          |
| Témoin         | 5,19                     | 9,69                      | 4,50           |

- 10 ⑩ Lorsque le nombre d'UFC est égal à zéro, arbitrairement le log(UFC) est égal à 0.

Tableau 5 (*Escherichia coli*)

| Substrat testé | Log (UFC <sub>0h</sub> ) | Log (UFC <sub>24h</sub> ) | $\Delta_{24h}$ |
|----------------|--------------------------|---------------------------|----------------|
| Exemple 1      | 5,15                     | 0,00 ⑩                    | -5,15          |
| Témoin         | 5,06                     | 9,41                      | 4,35           |

- 15 ⑩ Lorsque le nombre d'UFC est égal à zéro, arbitrairement le log(UFC) est égal à 0.

**Test 4 :** Mise en évidence de l'activité antibactérienne d'un substrat selon l'invention

On a testé l'activité du substrat de l'exemple 3 sur les souches *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 et *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027 selon la norme AFNOR XPG 39010 en utilisant, comme gélose, de la

20

gélose Columbia comprenant éventuellement 5 % en masse de sang de mouton. Les résultats sont présentés dans les Tableaux suivants.

Tableau 6 (*Staphylococcus aureus*, gélose au sang)

| Substrat testé | Log (UFC <sub>0h</sub> ) | Log (UFC <sub>24h</sub> ) | $\Delta_{24h}$ |
|----------------|--------------------------|---------------------------|----------------|
| Exemple 3      | 5,11                     | 0,00 ⑤                    | -5,11          |
| Témoin         | 5,13                     | 8,18                      | 3,05           |

- 5 ⑤ Lorsque le nombre d'UFC est égal à zéro, arbitrairement le log(UFC) est égal à 0.

Tableau 7 (*Pseudomonas aeruginosa*)

| Substrat testé | Log (UFC <sub>0h</sub> ) | Log (UFC <sub>24h</sub> ) | $\Delta_{24h}$ |
|----------------|--------------------------|---------------------------|----------------|
| Exemple 3      | 5,08                     | 0,79                      | -4,29          |
| Témoin         | 4,94                     | 9,10                      | 4,16           |

10 Tableau 8 (*Pseudomonas aeruginosa*, gélose au sang)

| Substrat testé | Log (UFC <sub>0h</sub> ) | Log (UFC <sub>24h</sub> ) | $\Delta_{24h}$ |
|----------------|--------------------------|---------------------------|----------------|
| Exemple 3      | 5,09                     | 1,62                      | - 3,47         |
| Témoin         | 5,02                     | 9,64                      | 4,62           |

**Test 5 :** Mise en évidence de l'activité antibactérienne d'un substrat selon l'invention.

- 15 On a testé l'activité du substrat de l'exemple 4 sur les souches *Staphylococcus aureus* ATCC 6538 et *Pseudomonas aeruginosa* ATCC 9027 selon la norme AFNOR XPG 39010, en utilisant de la gélose Columbia comprenant 5 % en masse de sang de mouton (trois éprouvettes de l'exemple 4 et deux éprouvettes du témoin ont été testées). Les résultats sont présentés dans les Tableaux suivants.

TABLEAU 10 (*Staphylococcus aureus*)

| Temps d'incubation |            |                      | 0 h                     |            |         |                      | 1 semaine                  |            |         |                           |  |
|--------------------|------------|----------------------|-------------------------|------------|---------|----------------------|----------------------------|------------|---------|---------------------------|--|
| Substrat testé     | Eprouvette | UFC                  | log(UFC <sub>0h</sub> ) | Ecart type | Moyenne | UFC                  | log(UFC <sub>1sem.</sub> ) | Ecart type | Moyenne | Δ <sub>1sem.</sub> (moy.) |  |
| Exemple 4          | 1          | 9,98.10 <sup>4</sup> | 5,00                    | 0,07       | 5,07    | 0,00                 | 0,00                       | 0,00       | 0,00    | - 5,07                    |  |
|                    | 2          | 1,34.10 <sup>5</sup> | 5,13                    |            |         | 0,00                 | 0,00                       |            |         |                           |  |
|                    | 3          | 1,23.10 <sup>5</sup> | 5,09                    |            |         | 0,00                 | 0,00                       |            |         |                           |  |
| Témoin             | 1          | 8,41.10 <sup>4</sup> | 4,93                    | 0,12       | 5,01    | 5,95.10 <sup>7</sup> | 7,77                       | 0,16       | 7,89    | 2,88                      |  |
|                    | 2          | 1,25.10 <sup>5</sup> | 5,10                    |            |         | 1,01.10 <sup>8</sup> | 8,01                       |            |         |                           |  |

⊕ Lorsque le nombre d'UFC est égal à zéro, arbitrairement le log(UFC) est égal à 0.

TABLEAU 9 (*Staphylococcus aureus*)

| Temps d'incubation |            | 0 h                  |                         |            |         | 24 h                 |                          |            |         |
|--------------------|------------|----------------------|-------------------------|------------|---------|----------------------|--------------------------|------------|---------|
| Substrat testé     | Eprouvette | UFC                  | log(UFC <sub>0h</sub> ) | Ecart type | Moyenne | UFC                  | log(UFC <sub>24h</sub> ) | Ecart type | Moyenne |
| Exemple 4          | 1          | 9,98.10 <sup>4</sup> | 5,00                    | 0,07       | 5,07    | 0,00                 | 0,00 <sup>①</sup>        | 1,76       | ②       |
|                    | 2          | 1,34.10 <sup>5</sup> | 5,13                    |            |         | 1,12.10 <sup>3</sup> | 3,05                     |            |         |
|                    | 3          | 1,23.10 <sup>5</sup> | 5,09                    |            |         | 0,00                 | 0,00                     |            |         |
| Témoin             | 1          | 8,41.10 <sup>4</sup> | 4,93                    | 0,12       | 5,01    | 5,24.10 <sup>8</sup> | 8,72                     | 0,12       | 8,80    |
|                    | 2          | 1,25.10 <sup>5</sup> | 5,10                    |            |         | 7,69.10 <sup>8</sup> | 8,89                     |            |         |
|                    |            |                      |                         |            |         |                      |                          |            | 3,79    |

① Lorsque le nombre d'UFC est égal à zéro, arbitrairement le log(UFC) est égal à 0.

② La moyenne n'a pas été calculée, car la différence des valeurs extrêmes des logarithmes est supérieure à 1.



TABLEAU 11 (*Pseudomonas aeruginosa*)

| Temps d'incubation |            | 0 h                  |                         |            |         | 24 h                 |                          |            |         |                         |
|--------------------|------------|----------------------|-------------------------|------------|---------|----------------------|--------------------------|------------|---------|-------------------------|
| Substrat testé     | Eprouvette | UFC                  | log(UFC <sub>0h</sub> ) | Ecart type | Moyenne | UFC                  | log(UFC <sub>24h</sub> ) | Ecart type | Moyenne | Δ <sub>24h</sub> (moy.) |
| Exemple 4          | 1          | 1,44.10 <sup>5</sup> | 5,16                    | 0,01       | 5,16    | 0,00                 | 0,00                     | 0,00       | 0,00    | - 5,16                  |
|                    | 2          | 1,47.10 <sup>5</sup> | 5,17                    |            |         | 0,00                 | 0,00                     |            |         |                         |
|                    | 3          | 1,43.10 <sup>5</sup> | 5,15                    |            |         | 0,00                 | 0,00                     |            |         |                         |
| Témoin             | 1          | 1,41.10 <sup>5</sup> | 5,15                    | 0,08       | 5,10    | 3,84.10 <sup>9</sup> | 9,58                     | 0,01       | 9,59    | 4,49                    |
|                    | 2          | 1,10.10 <sup>5</sup> | 5,04                    |            |         | 3,95.10 <sup>9</sup> | 9,60                     |            |         |                         |

⑩ Lorsque le nombre d'UFC est égal à zéro, arbitrairement le log(UFC) est égal à 0.

Les résultats des Tableaux 3 à 11 montrent l'excellente activité antibactérienne des substrats conformes à l'invention.

### **REVENDEICATIONS**

1. Utilisation du gluconate de zinc, d'argent ou de cuivre comme agent antimicrobien pour la fabrication de substrats à base de fibres notamment cellulosiques.
2. Utilisation selon la revendication 1, dans laquelle le substrat est à base de fibres papetières.
3. Utilisation selon la revendication 2, dans laquelle le substrat est un article sanitaire, un article hygiénique ou un article pour emballage alimentaire.
4. Utilisation selon l'une des revendications 1 à 3, dans laquelle la concentration en agent antimicrobien dans le substrat est de environ 0,01 à 10 %, de préférence de environ 0,05 à 1 % en masse.
5. Utilisation selon l'une des revendications 1 à 4, dans laquelle l'agent antimicrobien est le gluconate de zinc.
6. Substrat à base de fibres notamment cellulosiques comprenant du gluconate de zinc, d'argent ou de cuivre à titre d'agent antimicrobien.
7. Substrat selon la revendication 6, qui est un article sanitaire tel que essuie-mains, papier toilette, mouchoir, lingette imprégnée ou papier absorbant.
8. Substrat selon la revendication 6, qui est un article pour hygiène féminine, tel qu'un matelas absorbant, ou pour bébé, tel qu'une lingette imprégnée.

9. Substrat selon la revendication 6, qui est un article pour emballage alimentaire, tel qu'un non-tissé ou papier absorbant pour barquette à viande.
10. Substrat selon l'une des revendications 6 à 9, qui comprend de environ 0,01 à 10 %, de préférence de environ 0,05 à 1 % en masse d'agent antimicrobien.
11. Substrat selon l'une des revendications 6 à 10, dans lequel l'agent antimicrobien est le gluconate de zinc.

DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

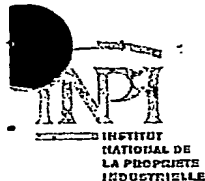
DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 2.

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

|  |                             |                         |             |
|--|-----------------------------|-------------------------|-------------|
| <b>Vos références pour ce dossier</b><br>(facultatif)  |                             | 1H198000 0007 FRO MN.VF |             |
| <b>N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL</b>  |                             | 02 04665                |             |
| <b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)<br>Utilisation de sels métalliques du gluconate pour la fabrication de substrats à activité antimicrobienne  |                             |                         |             |
| <b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b><br>GEORGIA-PACIFIC FRANCE  |                             |                         |             |
| <b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages). |                             |                         |             |
| <b>Nom</b>   |                             | BRET                    |             |
| <b>Prénoms</b>   |                             | Bruno                   |             |
| <b>Adresse</b>   | <b>Rue</b>                  | 16, rue de Neufeld      |             |
|  | <b>Code postal et ville</b> | 68920                   | WINTZENHEIM |
| <b>Société d'appartenance</b> (facultatif)   |                             |                         |             |
| <b>Nom</b>   |                             | ROUSSIN-MOYNIER         |             |
| <b>Prénoms</b>   |                             | Yves                    |             |
| <b>Adresse</b>   | <b>Rue</b>                  | 4, rue André Malraux    |             |
|  | <b>Code postal et ville</b> | 68920                   | WINTZENHEIM |
| <b>Société d'appartenance</b> (facultatif)   |                             |                         |             |
| <b>Nom</b>   |                             | BOURGEOIS               |             |
| <b>Prénoms</b>   |                             | Michel                  |             |
| <b>Adresse</b>   | <b>Rue</b>                  | 13, rue Montbrillant    |             |
|  | <b>Code postal et ville</b> | 69003                   | LYON        |
| <b>Société d'appartenance</b> (facultatif)   |                             |                         |             |
| <b>DATE ET SIGNATURE(S)</b><br><b>DU (DES) DEMANDEUR(S)</b><br><b>OU DU MANDATAIRE</b><br>(Nom et qualité du signataire)<br>le 25 juin 2002<br><br>Marc NEVANT   |                             |                         |             |



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

**BREVET D'INVENTION**  
**CERTIFICAT D'UTILITÉ**

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11 235\*02

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 2.. / 2..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260899

|  |                      |                                  |      |
|--|----------------------|----------------------------------|------|
| Vos références pour ce dossier<br>(facultatif)   |                      | 1H198000 0007 FRO MN.VF          |      |
| N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL   |                      | 02 04665                         |      |
| <b>TITRE DE L'INVENTION</b> (200 caractères ou espaces maximum)<br>Utilisation de sels métalliques du gluconate pour la fabrication de substrats à activité antimicrobienne  |                      |                                  |      |
| <b>LE(S) DEMANDEUR(S) :</b><br>GEORGIA-PACIFIC FRANCE  |                      |                                  |      |
| <b>DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) :</b> (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages). |                      |                                  |      |
| Nom  |                      | NORMAND                          |      |
| Prénoms  |                      | Xavier                           |      |
| Adresse  | Rue                  | 36, avenue du Général Eisenhower |      |
|  | Code postal et ville | 69005                            | LYON |
| Société d'appartenance (facultatif)  |                      |                                  |      |
| Nom  |                      |                                  |      |
| Prénoms  |                      |                                  |      |
| Adresse  | Rue                  |                                  |      |
|  | Code postal et ville |                                  |      |
| Société d'appartenance (facultatif)  |                      |                                  |      |
| Nom  |                      |                                  |      |
| Prénoms  |                      |                                  |      |
| Adresse  | Rue                  |                                  |      |
|  | Code postal et ville |                                  |      |
| Société d'appartenance (facultatif)  |                      |                                  |      |
| DATE ET SIGNATURE(S)<br>DU (DES) DEMANDEUR(S)<br>OU DU MANDATAIRE<br>(Nom et qualité du signataire)<br>le 25 juin 2002   |                      |                                  |      |
| Marc NEVANT  |                      |                                  |      |

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☐ FADED TEXT OR DRAWING

☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**